

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-273350

(43)Date of publication of application : 03.10.2000

(51)Int.Cl. C09C 1/40
B05D 1/36
B05D 5/06
C09D 5/38
C09D 7/12
// B22F 1/00

(21)Application number : 11-076220

(71)Applicant : NIPPON PAINT CO LTD
TOYO ALUMINIUM KK

(22)Date of filing : 19.03.1999

(72)Inventor : HASHIZUME YOSHIKI
SAITO YOSHIKATSU
MARUOU KENJI

(54) COLORED ALUMINUM FLAKE PIGMENT, METALLIC COATING MATERIAL, AND METHOD FOR FORMING COATING FILM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a colored aluminum flake pigment which is excellent in gloss and hiding power by specifying its average flake size, average flake thickness, and flake size distribution.

SOLUTION: This colored aluminum flake pigment has an average flake size D50 of 5.0-9.0 μm and an average flake thickness of 0.4-1.0 μm , contains 4 wt.% or lower flakes having flake sizes of 2 μm or lower and 0.5 wt.% or lower flakes having flake sizes of 25 μm or higher, and preferably has a chroma represented by the formula of 15 or higher and a flip flop value of 0.25-0.75. The metallic coating material can be prepared by compounding 0.1-30 pts.wt. at least one colored aluminum flake pigment and optionally 0.05-20 pts.wt. other bright pigment, based on 100 pts.wt. solid content of the coating material. If necessary, a coloring pigment other than the above-mentioned is incorporated, preferably in an amount of 0.01-20 pts.wt. When a coating film is formed on a substrate, the metallic coating material is applied as a base coat and a clear coating material is then applied as a top coat, and the base coat and the top coat are simultaneously cured.

$$C (= \sqrt{a^2 + b^2})$$

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-273350

(P2000-273350A)

(43) 公開日 平成12年10月3日 (2000.10.3)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
C 0 9 C 1/40		C 0 9 C 1/40	4 D 0 7 5
B 0 5 D 1/36		B 0 5 D 1/36	B 4 J 0 3 7
	5/06		1 0 1 A 4 J 0 3 8
C 0 9 D 5/38	1 0 1	C 0 9 D 5/38	4 K 0 1 8
	7/12		Z
		7/12	
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願平11-76220

(22) 出願日 平成11年3月19日 (1999.3.19)

(71) 出願人 000230054

日本ペイント株式会社

大阪府大阪市北区大淀北2丁目1番2号

(71) 出願人 399054321

東洋アルミニウム株式会社

大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号

(72) 発明者 橘詰 良樹

大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号 東洋アルミニウム株式会社内

(74) 代理人 100062007

弁理士 川口 義雄 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 着色アルミニウムフレーク顔料、メタリック塗料および塗膜形成方法

(57) 【要約】

【課題】 光沢を有する優れた塗膜外観が得られ、緻密感のあるソリッド調の色調を与える着色アルミニウムフレーク顔料の提供。

【解決手段】 平均粒子径D₅₀が5.0～9.0 μm、粒子平均厚みtが0.4～1.0 μm、2 μm以下の粒子の含有量が4重量%以下、25 μm以上の粒子の含有量が0.5重量%以下である着色アルミニウムフレーク顔料。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 平均粒子径 D_{50} が $5.0 \sim 9.0 \mu\text{m}$ 、粒子平均厚み t が $0.4 \sim 1.0 \mu\text{m}$ 、 $2 \mu\text{m}$ 以下の粒子の含有量が 4 重量%以下、 $25 \mu\text{m}$ 以上の粒子の含有量が 0.5 重量%以下である着色アルミニウムフレーク顔料。

【請求項 2】 彩度

【数 1】

$$C (= \sqrt{a^2 + b^2})$$

が 15 以上、フリップフロップ値が $0.25 \sim 0.75$ である請求項 1 記載の着色アルミニウムフレーク顔料。

【請求項 3】 塗料中の塗料固形分 100 重量部に対し、請求項 1 または 2 記載の着色アルミニウムフレーク顔料 1 種または 2 種以上を 0.1 ~ 30 重量部を含有するメタリック塗料。

【請求項 4】 塗料中のビヒクル固形分 100 重量部に対し、請求項 1 または 2 記載の着色アルミニウムフレーク顔料 1 種または 2 種以上を 0.1 ~ 30 重量部及び上記着色アルミニウムフレーク顔料以外の光輝性顔料 0.05 ~ 20 重量部を含有するメタリック塗料。

【請求項 5】 請求項 3 又は 4 記載のメタリック塗料に、さらに着色顔料を含有するメタリック塗料。

【請求項 6】 被塗基材面に、請求項 3 乃至 5 いずれか記載のメタリック塗料をベースコートした後、クリアー塗料をトップコートし、ベースコートとトップコートを同時に硬化させることを特徴とする塗膜形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、優れた外観と、鮮やかさおよび隠蔽性を兼ね備えたソリッド調の色調を与えるメタリック顔料およびそれを使った塗料とその塗装方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 アルミニウムフレーク顔料と着色顔料を塗料に配合する従来の方法では、隠蔽性が優れ、塗膜外観も良好であるが、アルミニウムフレーク顔料からの直接反射により色調が濁り、鮮やかな色調がえられない。また、きらきらした感じとなる傾向が有り、落ち着いた緻密感のあるソリッド調の色調が得られなかった。また、着色顔料単独で用いる方法では、隠蔽性が劣り、ベースコート層を厚くする必要がある。近年においては着色アルミニウム顔料を用いる方法も開示報告されているが、従来のメタリック塗料用着色アルミニウムフレーク顔料としては平均粒径 $13 \sim 70 \mu\text{m}$ 、平均粒子厚さはトータルで $2 \mu\text{m}$ 以上のものが使用されていた。また、その彩度は 5 ~ 30、フリップフロップ値（以下、「FF 値」又は「FF」ということもある。）が 0.5 ~ 1.5 程度のものが用いられていた。このような着色アルミニウム顔料を使用した場合、平均粒径、厚み共に大きいため、ベースコート塗面上でのアルミニウムフレー

クの突き出し多くなり、クリアーコートを施しても光沢が上らず、満足な外観が得られない。また、平均粒径が大きいため、着色アルミニウムフレーク顔料の粒子が目立ち、緻密なソリッド調の色調を得ることができなかった。さらに、着色アルミニウムフレーク顔料の厚みも大きく隠蔽性が悪いため、ベースコート層を厚くしないと完全に被塗基材を隠蔽することができなかった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明が解決しようとする課題は、（1）光沢を有する優れた塗膜外観が得られ、緻密感のあるソリッド調の色調を与える着色アルミニウムフレーク顔料を提供すること。（2）隠蔽性が優れ、鮮やかなソリッド調メタリック塗膜を与える塗料を提供すること。（3）光沢を有する外観の優れた塗膜を与える塗料を提供すること。（4）上記塗料を用いた塗膜形成方法を提供することである。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは鋭意創意工夫を重ねた結果、本発明を完成させた。すなわち本発明は、

1. 平均粒子径 D_{50} が $5.0 \sim 9.0 \mu\text{m}$ 、粒子平均厚み t が $0.4 \sim 1.0 \mu\text{m}$ 、 $2 \mu\text{m}$ 以下の粒子の含有量が 4 重量%以下、 $25 \mu\text{m}$ 以上の粒子の含有量が 0.5 重量%以下である着色アルミニウムフレーク顔料。

2. 彩度

【0005】

【数 2】

$$C (= \sqrt{a^2 + b^2})$$

が 15 以上、FF 値が $0.25 \sim 0.75$ である上記 1 記載の着色アルミニウムフレーク顔料。

3. 塗料中の塗料固形分 100 重量部に対し、上記 1 または 2 記載の着色アルミニウムフレーク顔料 1 種または 2 種以上を 0.1 ~ 30 重量部を含有するメタリック塗料。

4. 塗料中のビヒクル固形分 100 重量部に対し、請求項 1 または 2 記載の着色アルミニウムフレーク顔料 1 種または 2 種以上を 0.1 ~ 30 重量部及び上記着色アルミニウムフレーク顔料以外の光輝性顔料 0.05 ~ 20 重量部を含有するメタリック塗料。

5. 請求項 3 又は 4 記載のメタリック塗料に、さらに着色顔料を含有するメタリック塗料。

6. 被塗基材面に、上記 3 記載のメタリック塗料をベースコートした後、クリアー塗料をトップコートし、ベースコートとトップコートを同時に硬化させることを特徴とする塗膜形成方法。を提供する。

以下、本発明をさらにに詳述する。

【0006】 <着色アルミニウムフレーク顔料> 本発明の着色アルミニウムフレーク顔料の平均粒子径 D_{50} は、 $5.0 \sim 9.0 \mu\text{m}$ であり、平均粒子径 D_{50} が $5 \mu\text{m}$ 未満の場合には、鮮やかな色調が得られない。

一方、 $9\mu\text{m}$ を超える場合には、光沢の優れた外観が得られず、また、ソリッド調の色調が得られない。該フレークの粒子平均厚み t は、 $0.4\sim 1.0\mu\text{m}$ が適当で、好ましくは $0.5\sim 0.8\mu\text{m}$ である。粒子平均厚み t が $0.4\mu\text{m}$ 未満の薄い場合には、アルミニウムフレークの表面積が大きくなるため、顔料の付着密度が下がり、十分な鮮やかな色調が得られない。一方、 $1\mu\text{m}$ を超える厚い場合は、ベースコート塗面上でのアルミニウムフレークの突き出し多くなり、クリアーコートを施しても光沢が上がらず、満足な外観が得られない。また、 $2\mu\text{m}$ 以下の粒子の含有量が全体の4重量%以下である必要があり、4重量%を超える場合には、微細粒子による濁りを生じ、鮮やかな色調が得られない。さらに $25\mu\text{m}$ 以上の粒子の含有量は、全体の0.5重量%以下にする必要があり、0.5重量%を超える場合は、ベースコート塗面上での着色アルミニウムフレークの突き出しが多くなり、クリアーコートを施しても光沢が上がらず、満足な外観が得られない。

【0007】彩度

【0008】

【数3】

$$C (= \sqrt{a^2 + b^2})$$

は、15以上が適当で、より好ましくは20~50であり、彩度が15未満の場合には、鮮やかな色調が得られない。FF値は、0.25~0.75が適当で、より好ましくは0.3~0.6である。FF値が0.25未満の小さい値の場合、メタリック塗膜特有の立体感のある仕上がりにならない。一方、0.75を超える大きい値の場合は、見る方向により極端に暗くなる場合があり、ソリッド調の鮮やかな仕上がりにならない。

【0009】＜パラメーターの測定方法＞

*平均粒子径 D_{50} および $2\mu\text{m}$ 以下の粒子の含有量：レーザー回折式粒度分布測定による。本実施例の値は、島津製作所製SALD-1100で測定した。

【0010】* $25\mu\text{m}$ 以上の粒子の含有量：目開き $25\mu\text{m}$ スクリーンによるふるい（スクリーン）残分による。

【0011】*粒子平均厚み t ：粒子断面写真より粒子約20個の厚みを直接測定し、平均する。厚みが一定でない場合は個々の粒子ごとに数点測定し、総平均を算出する。

【0012】*彩度

【0013】

【数4】

$$C (= \sqrt{a^2 + b^2})$$

、FF値：着色アルミニウムフレーク顔料を固形分換算で5重量部、ミネラルスピリットを50重量部配合し、ディスペーで1000rpm×30分攪拌する。次に得られた分散液（20cc）を底面が平らな透明ガラス容器（寸法 $\phi 27\text{mm} \times 55\text{mm}$ 底面厚み1mm）に入れ

て24時間放置する。続いてガラス容器の底面の色差

(L, a, b)とFF値を測色機を用いて測定する。本実施例では、次の測定器を用いた。

色差：スガ試験機（株）製 SMカラーコンピュータ SM-5

FF値：富士工業（株）製 メタリック感測定装置 AL COPE LMR-200

＜着色アルミニウムフレークの製造方法＞本発明の着色アルミニウムフレーク顔料の好ましい製造方法の一例を次に示す。

【0014】基材アルミニウムフレークとして、平均粒子径 D_{50} が $5\sim 9\mu\text{m}$ 、粒子平均厚み t が $0.15\sim 0.3\mu\text{m}$ 、 $2\mu\text{m}$ 以下の粒子の含有量が4重量%以下、 $25\mu\text{m}$ 以上の粒子の含有量が0.5重量%以下のアルミニウムフレークを用いる。粒子形状は表面が滑らかで、丸みのあるコイン状のものが好ましい。

【0015】基材アルミニウムフレークに着色顔料を付着させる方法として、特開平1-315470、特開平9-40885、特開平9-124973、特開平9-316357等に記載の方法を用いる。例えば、分散剤で着色顔料を被覆した後、非極性溶媒中で基材アルミニウムフレークと攪拌混合することにより、該基材アルミニウムフレークに付着させる方法が好ましい。前記分散剤としては、安息香酸、安息香酸ビニル、サリチル酸、アントラニル酸、 m -アミノ安息香酸、 p -アミノ安息香酸、3-アミノ-4-メチル安息香酸、3,4-ジアミノ安息香酸、 p -アミノサリチル酸、1-ナフトエ酸、ケイ皮酸、アミノケイ皮酸等の芳香族カルボン酸；エチレンジアミン、トリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、1,7-ジアミノヘプタン、1,8-ジアミノオクタン、1,10-ジアミノデカン、1,12-ジアミノドデカン、 o -フェニレンジアミン、 m -フェニレンジアミン、 p -フェニレンジアミン、1,8-ジアミノナフタレン、1,2-ジアミノシクロヘキサン、ステアリルプロピレンジアミン、 N - β -(アミノエチル)- γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 N - β -(アミノエチル)- γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン等のアミノ化合物；アルミニウムもしくはタニウムキレート化合物等が使用される。

【0016】基材アルミニウムフレークに付着させた着色顔料は、*in-situ*重合により重合されたポリマーで被覆することにより固定される。ここで*in-situ*重合とは、着色アルミニウムフレーク顔料を製造する工程の中で重合性モノマーを重合させてポリマー化することを意味し、具体的には着色顔料を付着させた基材アルミニウムフレークを溶剤に分散させたスラリーに重合性モノマーを添加し、攪拌混合しながら重合開始剤を添加し、重合させて基材アルミニウムフレーク表面にポリマーを析出させる方法が例示され得る。

【0017】被覆させるポリマーは例えば次に示すような重合性モノマーから合成される：アクリル酸、メタクリル酸、メタクリル酸メチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸ステアリル、アクリル酸シクロヘキシル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシブチル、アクリル酸2-メトキシエチル、アクリル酸2-ジエチルアミノエチル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸オクチル、1, 4-ブタンジオールジアクリレート、1, 6-ヘキサンジオールジアクリレート、1, 9-ノナンジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリメチロールプロパンジアクリレート、テトラメチロールメタンテトラアクリレート、ペンタエリスリトールジアクリレート、トリアクリロキシエチルホスフェート、ジトリメチロールプロパンテトラアクリレート、スチレン、 α -メチルスチレン、ビニルトルエン、ジビニルベンゼン、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、マレイン酸、クロトン酸、イタコン酸、ポリブタジエン、アマミ油、大豆油、エポキシ化大豆油、エポキシ化ポリブタジエン、シクロヘキセンビニルモノオキサイド、ジビニルベンゼンモノオキサイド。

【0018】付着させる着色顔料の量を基材アルミニウムフレーク100重量部に対し、50～300重量部（好ましくは50～200重量部）とし、付着させる樹脂成分は基材アルミニウムフレーク100重量部に対し、10～50重量部（好ましくは10～40重量部）とし、着色アルミニウムフレーク顔料の全体の中で、着色顔料層と樹脂層の合計を0.3～0.8 μ m（好ましくは0.4～0.7 μ m）に調整する。

【0019】基材アルミフレークの厚み t_a 、（着色顔料層+樹脂層）の厚み： t_b 、着色顔料添加量 W_p 重量部（対アルミ100重量部）、着色顔料比重： ρ_p 、樹脂コート量： W_r （対アルミ100重量部）、樹脂比重 ρ_r として、

$$t_b = t_a \cdot (100/2.7 + W_p/\rho_p + W_r/r) / (100/2.7) - t_a$$

より、 t_b を計算して調節する。ここで、着色顔料/樹脂コート量の重量比は、3～10（好ましくは4～6）とする。

【0020】着色顔料としては、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、ジケトピロロピロール、キナクリドンレッド、イソインドリノニイエロー、銅アゾメチン錯体、ベリレンマルーン、ジオキサジンバイオレット、酸化鉄、インダンスレンブルー等が好適である。

【0021】＜メタリック塗料＞本発明メタリック塗料の必須成分は、前記着色アルミニウムフレーク顔料と後述ビヒクルからなり、通常溶剤に分散・溶解した状態で

提供される。着色アルミニウムフレーク顔料の含有量は、塗料固形分100重量部に対し、0.1～30重量部が適しており、0.1重量部未満の場合には、光輝感、彩度共に劣り、30重量部を超える場合にはベースコート塗面上での着色アルミニウムフレークの突き出し多くなり、クリアーコートを施しても光沢が上らず、満足な外観が得られない。着色アルミニウムフレーク顔料は1種に限らず、2種類以上混合して使用しても良い。上記着色アルミニウムフレーク顔料以外の光輝性顔料をビヒクル100固形分重量部に対し、0.05～20重量部を、さらに着色顔料を加えることができる。また、必要に応じて、添加剤、例えば体質顔料、沈降防止剤、硬化触媒、紫外線吸収剤、酸化防止剤、レベリング材、シリコンや有機高分子等の表面調整剤、タレ止め剤、増粘剤、消泡剤、滑剤、架橋性重合体粒子（マイクロゲル）等を適宜添加することができる。なお、沈降防止剤としては、脂肪族アミドの潤滑分散体であるポリアミドワックスや、酸化ポリエチレンを主体としたコロイド状分散体であるポリエチレンワックスが好ましい。

【0022】＜ビヒクル＞ビヒクルを構成する塗膜形成用樹脂としては、例えば、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、アルキッド樹脂、フッ素樹脂等が挙げられ、特にアクリル樹脂及びポリエステル樹脂が好ましく用いられる。通常アミノ樹脂やブロックポリイソシアネート化合物等の架橋剤と混合して使用に供される。また、これらの樹脂は、1種に限らず2種以上を組み合わせ使用することができる。また、常温乾燥で硬化可能な熱可塑性アクリル樹脂、2液ウレタン樹脂やシリコン樹脂等の熱可塑性樹脂を用いることもできる。塗膜形成用樹脂と架橋剤の配合割合としては、固形分換算で塗膜形成用樹脂が90～50重量%、好ましくは85～60重量%であり、架橋剤が10～50重量%、好ましくは15～40重量%である。架橋剤が10重量%未満では（塗膜形成用樹脂が90重量%を超えると）、塗膜中の架橋が十分でない。一方、架橋剤が50重量%を超えると（塗膜形成用樹脂が50重量%未満では）、メタリック塗料の貯蔵安定性が低下するとともに硬化速度が大きくなるため、塗膜外観が悪くなる。

【0023】＜上記着色アルミニウムフレーク以外の光輝性顔料＞本発明の上記アルミニウムフレーク以外のメタリック塗料に添加することができるその他の光輝性顔料は、従来から塗料用として常用されているものが用いられ、例えば、アルミニウムフレーク顔料（リーフィングタイプ、ノンリーフィングタイプ）、マイカ顔料（二酸化チタン被覆マイカ、金属メッキマイカ、その他の着色マイカ等の表面処理を施したマイカを含む）、グラファイト顔料、アルミナフレーク、金属チタンフレーク、ステンレスフレーク、亜鉛フレーク等の金属フレーク、板状酸化鉄、フタロシアニンフレーク、および金属メッキガラスフレーク等が挙げられ、これらから選ばれる1

種または2種以上を着色アルミニウムフレーク顔料の効果を妨げない範囲の添加量で意匠性を考慮し任意に設定して用いることができる。通常好ましくは塗料固形分100重量部に対し、0.05~20重量部の範囲内で設定できる。

【0024】<着色顔料>本発明のメタリック塗料に添加することができるその他の着色顔料は、従来から塗料用として常用されているものが用いられ、例えば、有機顔料としてはアゾレーキ系顔料、フタロシアニン系顔料、インジゴ系顔料、ベリレン系顔料、キノフタロン系顔料、ジオキサジン系顔料、キナクリドン系顔料、イソインドリノン系顔料、金属錯体顔料等が挙げられ、また無機顔料としては、例えば黄鉛、黄色酸化鉄、ベンガラ、二酸化チタン、カーボンブラック、二酸化チタン等が挙げられ、これらから選ばれる1種又は2種以上を着色アルミニウムフレーク顔料の効果を妨げない範囲の添加量で意匠性を考慮し任意に設定して用いることができる。通常好ましくは塗料固形分100重量部に対し、0.01~20重量部の範囲内で設定できる。着色顔料を添加する場合、着色アルミニウムフレーク顔料の着色に用いた着色顔料と同一又は、同色系(ΔE:10以内)の着色顔料が好ましい。

【0025】<溶剤>本発明のメタリック塗料は、前記必須成分を、通常、溶剤に分散・溶解した状態で提供される。溶剤としては、ビヒクルを溶解、分散するものであればよく、有機溶剤型、非水分散型、水溶液型または水分散型の形態として使用し得る。水系の場合には適量の親水性有機溶剤を含有させてもよい。なお、有機溶剤としては、トルエン、キシレン等の炭化水素類、アセトン、メチルエーテルケトン等のケトン類、酢酸エチル、セロソルブアセテート、ブチルセロソルブ等のエステル類、アルコール類等が挙げられ、もちろんこれらからえらばれる2種以上の混合溶剤であってもよい。

【0026】<添加剤>体質顔料、沈降防止剤、硬化触媒、紫外線吸収剤、酸化防止剤、レベリング剤、シリコンや有機高分子等の表面調整剤、タレ止め剤、増粘剤、消泡剤、滑剤、架橋性重合体粒子(マイクロゲル)等の添加物は、通常、塗料固形分100重量部に対し、5重量部以下の割合で配合することにより、メタリック塗料や塗膜の性能を改善することができる。

【0027】本発明の塗膜形成方法は、上記の本発明のメタリック塗料によるベースコート塗膜形成後、クリアー塗料によるトップコート塗膜を形成することを特徴とする塗膜形成方法であり、ベースコートに(B)着色アルミニウムフレーク顔料が含有される塗装系を提供するものである。

【0028】塗装物(基材)

本発明のメタリック塗料及び塗膜形成方法により塗布する塗装物の被塗物(基材)としては、鉄、アルミニウム、銅又はこれらの合金等の金属類;ガラス、セメン

ト、コンクリート等の無機材料;ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、エチレン-酢酸ビニル共重合体樹脂、ポリアミド樹脂、アクリル樹脂、塩化ビニリデン樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリウレタン樹脂、エポキシ樹脂等の樹脂類や各種のFRP等のプラスチック材料;木材、繊維材料(紙、布等)等の天然又は合成材料等が挙げられる。

【0029】被塗基材に直接又は下地塗膜を介して塗料を塗装するが、自動車車体・部品塗装の場合は予め化成処理、電着塗装、中塗り塗装等を施しておくのが好ましい。

【0030】塗膜形成方法

メタリック塗料を基材上に塗布してベースコートのメタリック塗膜を形成し、得られたメタリック塗膜上にトップコートとして少なくとも一層のクリアー塗料を塗布する。自動車車体・部品等に好適に用いられる。

【0031】<ベースコート・メタリック塗膜>中塗り塗料等により下地塗装をした被塗基材を使用する場合には、下地塗膜の上にウェットオンウェット(W/W)法、又はベークオンウェット(B/W)法によりメタリック塗料を塗装する。W/W法とは下地塗膜の形成後風乾等により乾燥し、未硬化状態又は半硬化状態のうちに塗装する方法であり、B/W法とは下地塗膜を焼付けた後に塗装する方法である。塗装方法は特に限定されないが、スプレー法、ロールコーター法等が好ましい。メタリック塗膜の乾燥膜厚は5~50μmが好ましく、10~30μmがより好ましい。

【0032】<トップコート・クリアー>ベースコート塗膜上にトップコートのクリアー塗膜を少なくとも1層形成する。ベースコート塗料中にメタリック顔料が多い場合に、クリアー塗料を2層以上塗装すると、表面の光輝感が向上する。クリアー塗料は上塗り用として一般に使用されているものでよい。本発明の塗膜上へのクリアー塗料の塗装はウェットオンウェット(W/W)方式で行うことができる。クリアー塗料を複数回塗装する場合には、最終のクリアーコート塗装の後で焼き付けられ、下層のクリアー塗装の形成段階ではW/W、プレート又は半硬化の状態でよい。後の焼き付け温度は120~160℃でよい。クリアー塗膜の乾燥膜厚は10~80μmが好ましく、20~50μmがより好ましい。

【0033】クリアー塗料の組成としては、(i)アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、フッ素樹脂及びこれらの変性樹脂等から選ばれた少なくとも1種の熱硬化性樹脂と前述の架橋剤を混合したもの、又は(ii)カルボキシル基含有ポリマー及びエポキシ基含有ポリマーからなるビヒクルを用いることができるが、耐酸性雨対策及びベースコート塗料との溶解性の差を大きくするという観点から、(ii)カルボキシル基含有ポリマー及びエポキシ基含有ポリマーからなるビヒクルを含有する組成(特公

平 8-19315 号公報参照) が好ましい。さらに、好ましい組成として、透明樹脂にその透明性を損なわない範囲で、顔料、改質剤、紫外線吸収剤、レベリング剤、分散剤、消泡剤等の添加剤を配合することが可能である。

【0034】

【実施例】 (実施例 1) 市販のジケトピロピロール顔料 (チバスペシャリティケミカルズ (株) 製 IRGAZIN DPP RUBINE TR) 50 g に N-β-(アミノエチル)-γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン 4 g (顔料 100 重量部に対し 10 重量部)、ミネラルスピリット 200 g を加え、直径 1 mm のガラスビーズを 800 g 挿入した直径 5 cm、内容積 500 cc のポットミルで 24 時間ボールミル分散した。その後、このポットミルにアルミニウムペースト (東洋アルミニウム (株) 製、固形分 65%、平均粒子径: 7 μm、粒子平均厚み: 0.2 μm、2 μm 以下の粒子含有量: 3.5%、25 μm 以上の粒子含有量: 0.1%) を 76.9 g (金属分として 50 g)、およびミネラルスピリット 100 g を追加し、さらに 1 時間分散した。得られたスラリーをミネラルスピリット 2 リットルで洗い出すことにより、ガラスビーズと分離し、濾過によ

て固液分離することにより固形分 60% のペースト状着色アルミニウムフレーク顔料を得た。これを一次着色アルミニウムフレーク顔料と呼ぶ。

【0035】上記一次着色アルミニウムフレーク顔料 20 g を含むスラリーにメタクリル酸メチル 0.5 g、1,6-ヘキサジオールジアクリレート 0.5 g、スチレン 0.5 g、アクリル酸 0.5 g (モノマー合計: アルミ分 100 重量部に対し 20 重量部) を添加し、攪拌しながら窒素中で 80℃ で加熱し、重合開始剤としてアゾビスイソブチロニトリル 0.05 g を添加して 12 時間反応させることによりモノマーを重合させ、着色アルミニウムフレーク顔料表面に析出させた。処理後スラリーを固液分離し、固形分 50% のペースト状とした。

【0036】得られた着色アルミニウムフレーク顔料について、前述の方法で彩度 (C) 及び FF 値を測定した結果、C=23.7、FF=0.36 であった。

【0037】 (実施例 2~6、比較例 1~5) 基材アルミニウムフレークと使用着色顔料を表 1 のように変更した以外は実施例 1 に同じ。

【0038】

【表 1】

表1 着色アルミニウム顔料の性質

	原料アルミフレーク		使用顔料		原料添加量 ($\text{vs Al } 100$)		膜厚コート量 ($\text{vs Al } 100$)		得られた着色アルミフレーク		C		FF	
	D50 μm	t	μm	t	-2 μm	+25 μm	-2 μm	+25 μm	D50 μm	t	-2 μm	+25 μm	-2 μm	+25 μm
実施例1	7	7	0.1	シグマピロピロール	0.2	3.5	0.1	3.5	7	7	0.1	3.5	23.7	0.36
実施例2	7	7	0.2	シグマピロピロール	0.2	3.5	0.1	3.5	7	7	0.1	3.5	31.5	0.38
実施例3	7	7	0.2	シグマピロピロール	0.2	3.5	0.1	3.5	7	7	0.1	3.5	18.9	0.42
実施例4	7	7	0.2	シグマピロピロール	0.2	3.5	0.1	3.5	7	7	0.1	3.5	19.8	0.61
実施例5	5.5	5.5	0.18	シグマピロピロール	0.18	3.9	0.1	3.9	5.5	5.5	0.1	3.9	24.4	0.3
実施例6	8.5	8.5	0.25	シグマピロピロール	0.25	1.6	0.1	1.6	8.5	8.5	0.1	1.6	28.9	0.4
比較例1	15	15	0.5	シグマピロピロール	0.5	0.6	1.27	0.6	15	15	1.27	0.6	24.5	0.76
比較例2	4	4	0.15	シグマピロピロール	0.15	4.8	0.64	4.8	4	4	0.64	4.8	13.5	0.66
比較例3	7	7	0.2	シグマピロピロール	0.2	3.5	0.44	3.5	7	7	0.44	3.5	11.3	0.55
比較例4	7	7	0.2	シグマピロピロール	0.2	3.5	1.11	3.5	7	7	1.11	3.5	45.7	0.23
比較例5	7	7	0.2	シグマピロピロール	0.2	4.9	1.1	4.9	7	7	1.1	4.9	45.7	0.23
市販着色アルミフレーク(特)									15	15	2.45		34.8	0.92
市販着色アルミフレーク(青)									15	15	2.5		36.1	0.82
市販着色アルミフレーク(緑)									15	15	2.63		31.7	1.19
市販着色アルミフレーク(黄)									15	15	2.48		31.2	0.65

(実施例7～23, 比較例6～20)

1. 被塗基材の調製

ダル鋼板(長さ300mm、幅100mm及び厚さ0.8mm)を磷酸亜鉛処理剤(「サーフダイナSD200」、日本ペイント(株)製)を使用して化成処理した

後、カチオン電着塗料(「パワートップU-50」、日本ペイント(株)製)を乾燥膜厚が25 μm となるように電着塗装した。次いで、160℃で30分間焼き付けた後、中塗塗料(「オルガS-90シーラグレー(N50-6)」、日本ペイント(株)製)を乾燥膜厚が40 μ

mとなるようにエアースプレー塗装し、140℃で30分間焼き付け、中塗塗膜を作成した。

2. メタリック塗料組成物の調製

アクリル樹脂（スチレン/メチルメタクリレート/エチルメタクリレート/ヒドロキシエチルメタクリレート/メタクリル酸の共重合体、数平均分子量約20,000、水酸基価45、酸価15、固形分50重量%）と、メラミン樹脂（商品名、「ユーバン20SE」、三井化学（株）製、固形分60重量%）とを80:20の固形分重量比で配合して得たビヒクルに対し、顔料を表2に示す割合で配合した。次いで、有機溶剤（トルエン/キシレン/酢酸エチル/酢酸ブチルの重量比=70/15/5）とともにディゾルバーにより塗装適正粘度になるように攪拌混合し、メタリック塗料組成物を調製した。

3. メタリック塗膜の形成

基材の被塗面に、上記メタリック塗料組成物を乾燥膜厚が15μmになるように塗装した。塗装は静電塗装機 *

*（「Auto REA」、ABBインダストリー（株）製）を用い、霧化圧2.8kg/cm²で行った。塗装中のブースの雰囲気は温度25℃、湿度75%に保持した。塗装後3分間セッティングし、クリアー塗料を乾燥膜厚が35μmになるように塗装し、室温で10分間セッティングし、140℃の温度で30分間焼付けした。得られた塗膜の彩度、塗面光沢（ツヤ）、隠蔽力、緻密感、多色性を下記評価方法で評価した。結果を表2に示す。使用したクリアー塗料は、（A）アクリル/メラミン樹脂系クリアー塗料（商品名：「スーパーラック0-130クリアー」、日本ペイント（株）製）又は、（B）カルボキシル基含有ポリマーとエポキシ基含有ポリマーのブレンドからなるクリアー塗料（「マックフロ-0-520クリアー」、日本ペイント（株）製）の2種類である。

【0039】

【表2】

実施例/比較例	顔料	クリアー	配合量	乾燥膜厚(μm)	彩度	塗面光沢(ツヤ)	隠蔽力	多色性
実施例7	着色7A3/実施例1	A	20	12	5	5	4	—
実施例8	着色7A3/実施例1	B	20	12	5	5	4	—
実施例9	着色7A3/実施例2	A	20	12	5	5	4	—
実施例10	着色7A3/実施例3	A	20	12	5	5	4	—
実施例11	着色7A3/実施例4	A	20	12	5	5	4	—
実施例12	着色7A3/実施例5	A	20	12	5	5	4	—
実施例13	着色7A3/実施例6	A	20	12	5	5	4	—
実施例14	着色7A3/実施例1+3	A	10/10	12	5	5	4	3
実施例15	着色7A3/実施例1+3	B	10/10	12	5	5	4	3
実施例16	着色7A3/実施例2+4	A	10/10	12	5	5	4	3
実施例17	着色7A3/実施例2+3+4	A	7/7/6	12	5	5	4	3
実施例18	着色7A3/実施例2+3+4	B	7/7/6	12	5	5	4	3
実施例19	着色7A3/実施例1)+着色マイカ	A	20/5	12	5	5	4	—
実施例20	着色7A3/実施例1)+着色マイカ	A	20/5	12	5	5	4	—
実施例21	着色7A3/実施例1)+着色マイカ	A	7/10/3	12	5	5	4	3
実施例22	着色7A3/実施例3)+着色顔料(緑)	A	10/10	12	5	5	5	—
実施例23	着色7A3/実施例3)+着色マイカ+着色顔料(緑)	A	10/5/5	12	5	5	5	—
比較例6	着色7A3/比較例11	A	20	18	3	3	4	—
比較例7	着色7A3/比較例12	A	20	8	5	5	2	—
比較例8	着色7A3/比較例13	A	20	12	5	5	2	—
比較例9	着色7A3/比較例14	A	20	12	4	3	4	—
比較例10	着色7A3/比較例15	A	20	12	4	4	3	—
比較例11	着色7A3/比較例13+4	A	10/10	12	4	4	3	2
比較例12	市販着色アルミフレーク(赤)	A	20	22	2	1	4	—
比較例13	市販着色アルミフレーク(青)	A	20	22	2	1	4	—
比較例14	市販着色アルミフレーク(緑)	A	20	22	2	1	4	—
比較例15	市販着色アルミフレーク(黄)	A	20	22	2	1	4	—
比較例16	無着色7A3フレーク+着色顔料(赤)	A	10/10	14	4	5	1	—
比較例17	無着色7A3フレーク+着色顔料(緑)	A	10/10	14	4	5	1	—
比較例18	無着色7A3フレーク+着色顔料(緑)+着色顔料(赤)	A	7/7/7	16	4	5	1	1
比較例19	市販マイカ+着色顔料(赤)+着色顔料(青)	A	7/7/7	28	3	5	3	1
比較例20	着色7A3/比較例1)+着色マイカ	A	20/5	18	3	3	4	—

配合量は顔料分量/塗料固形分100重量部

顔料	メーカー名
無着色7A3フレーク:7Aベスト1260 MS	東洋アルミニウム
着色顔料(赤):ダクティルD-144	—
着色顔料(緑):7207ニグリン	—
着色(赤)マイカ:イオジン224W II	メルク
市販(緑)マイカ:イオジン221W II	メルク
ホワイトマイカ:イオジン103W II	メルク

評価方法

隠蔽力…白黒隠蔽紙に膜圧を変えて塗装、焼付け後、目視で白黒境界を判断できなくなる乾燥膜厚(μm)で評価した。

【0040】緻密感…試験板をほぼ真正面から見た場合の、目視による光輝材粒子のつまり具合(緻密感)を評価した

5…緻密感が非常に強い

4…緻密感が強い

3…緻密感がある

2…緻密感が弱い

1…緻密感が非常に弱い

塗面光沢(ツヤ)…試験板をほぼ真正面から見た場合

50 の、目視による光沢感(ツヤ)を評価した

5…表面光沢が非常に強い

4…表面光沢が強い

3…表面光沢がある

2…表面光沢が弱い

1…表面光沢が非常に弱い

彩度 …試験板をほぼ真上から見た場合の、目視による

彩度（良好：色濁りの少ない）を評価した

5…彩やかである

4…やや彩やかである

3…普通

2…やや濁っている

1…濁っている

多色性…塗装形成後の試験片をほぼ真上から見た場合

(A) と、試験片に対する俯瞰角度 15 度程度で見た場合 (B) での、塗膜の呈する色を目視で評価した

3… (A)、(B) でのそれぞれ呈する色が明確に異なるもの

2… (A)、(B) でのそれぞれ呈する色が異なるもの

1… (A)、(B) でのそれぞれ呈する色が異なるとは言えないもの。

【0041】

【発明の効果】*彩度、隠蔽性、外観の優れたソリッド

10 調メタリック塗膜を与えるメタリック塗料が提供できる。

【0042】*着色顔料をさらに配合することにより、隠蔽性の優れたソリッド調メタリック塗膜を与える。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁷

識別記号

F I

テームコード* (参考)

// B 2 2 F 1/00

B 2 2 F 1/00

N

(72) 発明者 齊藤 義勝

東京都品川区南品川 4 丁目 1 番 15 号 日本

ペイント株式会社東京事業所内

(72) 発明者 丸王 健志

東京都品川区南品川 4 丁目 1 番 15 号 日本

ペイント株式会社東京事業所内

F ターム (参考) 4D075 AA01 AA09 AA82 AC23 BB25Y

BB75X CB13 DA23 DB02

DC12 DC13 EA43 EB22 EB35

EC10 EC11

4J037 AA05 CB09 CB16 CB23 CB28

DD05 DD10 DD24 EE03 FF09

4J038 EA011 HA066 KA08 KA15

KA20 MA14 NA01

4K018 BA08 BB04 BD04